

Erteilt auf Grund des Ersten Überleitungsgesetzes vom 8. Juli 1949
(WiGBl. S. 175)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
26. NOVEMBER 1953

DEUTSCHES PATENTAMT
PATENTSCHRIFT

Nr. 894 423
KLASSE 22a GRUPPE 9
C 2476 IVd / 22a

Dr. Richard Fleischhauer, Frankfurt/M.-Fechenheim
ist als Erfinder genannt worden

Cassella Farbwerke Mainkur Aktiengesellschaft,
Frankfurt/M.-Fechenheim

Verfahren zur Herstellung von Trisazofarbstoffen

Zusatz zum Patent 888 291

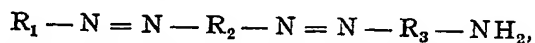
Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 3. Juni 1942 an
Der Zeitraum vom 8. Mai 1945 bis einschließlich 7. Mai 1950 wird auf die Patentdauer nicht angerechnet
(Ges. v. 15. 7. 51)

Das Hauptpatent hat angefangen am 16. Dezember 1941

Patentanmeldung bekanntgemacht am 28. August 1952

Patenterteilung bekanntgemacht am 17. September 1953

Gegenstand des Patents 888 291 ist ein Verfahren zur Herstellung von neuen wertvollen Trisazofarbstoffen, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man Diazoverbindungen von Aminodisazofarbstoffen der allgemeinen Formel



worin R_1 einen Rest der Benzolreihe, der eine Hydroxyl- und eine Carboxylgruppe in o-Stellung zueinander enthält, bedeutet, R_2 und R_3 Reste von aromatischen, diazotierbaren Aminoverbindungen darstellen, welche in p-Stellung zur Aminogruppe

kuppeln, von denen einer der Rest eines Aminohydrochinonäthers sein muß, und wobei mindestens einer der Reste R_1 , R_2 und R_3 eine Sulfonsäuregruppe trägt, mit Amino-oxynaphthalinsulfonsäuren bzw. deren N-Arylderivaten vereinigt, wobei die N-Arylderivate der 1-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure ausgenommen sein sollen.

Die mit den neuen Farbstoffen erhältlichen Färbungen zeichnen sich vor bekannten ähnlicher Zusammensetzung, bei denen der Rest des Aminohydrochinonäthers durch einen anderen aromatischen Rest ersetzt ist, durch wertvolle grünstichigere Farbtöne

BEST AVAILABLE COPY

und bessere Abendfarbe aus. Die an sich lichtechten Färbungen können durch Nachbehandlung mit Metallsalzen in den Naßechtheiten verbessert werden.

Es wurde nun gefunden, daß man zu Farbstoffen von ähnlichen wertvollen Eigenschaften gelangt, wenn man als Endkomponenten solche Oxynaphthalinsulfonsäuren verwendet, die keine Aminogruppe oder substituierte Aminogruppe enthalten.

Man kann die verschiedensten Oxynaphthalin-mono- oder -di-sulfonsäuren, -sulfo-carbonsäuren oder auch Dioxynaphthalinsulfonsäuren verwenden.

Die vorliegenden Farbstoffe zeichnen sich vor analogen Farbstoffen der französischen Patentschrift 851 255, bei deren Herstellung als Mittelkomponente 1-Amino-2-carboxymethoxy-5-methoxybenzol verwendet wird, durch größeres Ziehvermögen und bessere Waschechtheit der mit Chromfluorid nachbehandelten Färbungen, gegenüber analogen Farbstoffen der deutschen Patentschrift 531 290, bei deren Herstellung als Mittelkomponente 1-Aminonaphthalin und als Schlußkomponente 1,8-Dioxynaphthalinsulfonsäuren verwendet werden, durch bessere Abendfarbe und Waschechtheit der mit Chromfluorid nachbehandelten Färbungen aus.

Beispiel

Die aus 15,3 Teilen 1-Amino-4-oxybenzol-5-carbonsäure hergestellte Diazoverbindung wird in Gegen-

wart von überschüssigem Natriumacetat mit einer Lösung des Natriumsalzes von 22,3 Teilen 1-Aminonaphthalin-7-sulfonsäure vereinigt. Nach beendeter Kupplung wird der Farbstoff weiterdiazotiert und die Diazoverbindung in essigsaurer Lösung mit 15 Teilen 1-Amino-2,5-dimethoxybenzol vereinigt. Der Farbstoff wird abgeschieden und durch Anrühren mit Eis und Salzsäure und Zugabe einer Lösung von Natriumnitrit weiterdiazotiert.

Die Diazosuspension vereinigt man bei 0 bis 5° mit einer sodaalkalischen Lösung von 22,4 Teilen 1-Oxynaphthalin-3-sulfonsäure, wobei ein Zusatz von Pyridin vorteilhaft ist.

Der erhaltene Farbstoff ist nach dem Abscheiden, Reinigen und Trocknen ein dunkles wasserlösliches Pulver. Er löst sich in Wasser mit marineblauer, in konzentrierter Schwefelsäure mit blauschwarzer Farbe, und liefert auf Baumwolle grünstichigblaue, sehr lichtechte Färbungen, die durch Nachbehandeln mit Chrom- oder Kupfersalzen etwas röter und sehr waschecht werden.

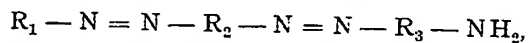
In der folgenden Tabelle sind die Eigenschaften einiger weiterer Farbstoffe angegeben, die dadurch erhalten werden, daß die Diazoverbindung des Disazofarbstoffs 1-Amino-4-oxybenzol-3-carbonsäure \rightarrow 1-Aminonaphthalin-7-sulfonsäure \rightarrow 1-Amino-2,5-dimethoxybenzol mit folgenden Endkomponenten vereinigt werden:

Endkomponente	Lösungsfarbe des Farbstoffes in		Färbungen auf Baumwolle			
	Wasser	Schwefelsäure	so gelassen	mit CrF ₃ nachbehandelt	mit Cu SO ₄ nachbehandelt	
1-Oxynaphthalin-4-sulfonsäure	dunkelviolett	blauschwarz	grünstichig-graublau	etwas rotstichiger	etwas rotstichiger	100
2-Oxynaphthalin-6-sulfonsäure	dunkelviolett	dunkelgrün	desgl.	desgl.	desgl.	
2-Oxynaphthalin-4-sulfonsäure	blauschwarz	schwarzgrün	grünstichig-grau	grünstichig-grau	grünstichig-grau	105
2-Oxynaphthalin-3-carbonsäure-6-sulfonsäure	graublau	blauschwarz	desgl.	grünstichig-grau	grünstichig-grau	
2,5-Dioxynaphthalin-7-sulfonsäure	blau	blauschwarz	grünstichig-grau	grünstichig-grau	grünstichig-grau	110
2,8-Dioxynaphthalin-6-sulfonsäure	marineblau	blauschwarz	grünstichig-grau	grünstichig-grau	grünstichig-grau	
1,8-Dioxynaphthalin-4-sulfonsäure	blau	schwarz	grüngrau	grüngrau	grüngrau	115
2,8-Dioxynaphthalin-5-sulfonsäure	marineblau	rotstichig-blauschwarz	blaugrau	blaugrau	blaugrau	
2,3-Dioxynaphthalin-6-sulfonsäure	violett	rotstichig-blauschwarz	blaugrau	blaugrau	blaugrau	
2-Oxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	marineblau	blauschwarz	blaugrau	blaugrau	blaugrau	120
2-Oxynaphthalin-7-sulfonsäure	violett	grün-schwarz	graublau	graublau	graublau	
1-Oxynaphthalin-5-sulfonsäure	violett	schwarz	grünstichig-grau	grünstichig-grau	grünstichig-grau	125
1-Oxynaphthalin-3,6-sulfonsäure	violett	schwarz	grünstichig-grau	grünstichig-grau	grünstichig-grau	
2-Oxynaphthalin-3-carbonsäure	dunkelviolett	grüngrau	grüngrau	grüngrau	grüngrau	

BEST AVAILABLE COPY

PATENTANSPRUCH

Abänderung des Verfahrens des Patents 888 291
zur Herstellung von Trisazofarbstoffen, dadurch
gekennzeichnet, daß man Diazoverbindungen von
Aminodisazofarbstoffen der allgemeinen Formel



worin R_1 einen Rest der Benzolreihe, der eine
Hydroxyl- und eine Carboxylgruppe in o-Stellung

zueinander enthält, bedeutet, R_2 und R_3 Reste
von aromatischen, diazotierbaren Aminoverbin-
dungen darstellen, welche in p-Stellung zur Amino-
gruppe kuppeln, von denen einer den Rest eines
Aminohydrochinonäthers sein muß und wobei
mindestens einer der Reste R_1 , R_2 und R_3 eine
Sulfonsäuregruppe trägt, hier mit solchen Oxy-
naphthalin-sulfonsäuren vereinigt, die keine Amino-
gruppe oder substituierte Aminogruppe enthalten.

BEST AVAILABLE COPY